

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(a)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-161454

(43)Date of publication of application : 23.06.1995

(51)Int.Cl.

H05B 3/14

(21)Application number : 05-308309

(71)Applicant : SHINAGAWA REFRACT CO LTD

(22)Date of filing : 08.12.1993

(72)Inventor : ARASHI HARUO

ASAMI HAJIME

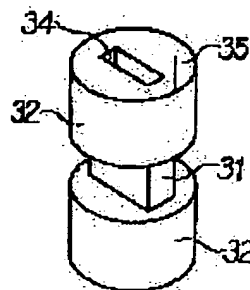
MORIWAKI MASAHIRO

(54) ZIRCONIA HEAT GENERATING STRUCTURE BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To unify temperature distribution at the time of heating a platelike long-size specimen by forming a hollow part, piercing the whole, length of a heating element having a circular cross-section shape terminal part on both the ends of a rectangular cross-section shape heating element, into a rectangular cross-section shape.

CONSTITUTION: For example, element material, composed of 50wt. parts of yttria stabilizing zirconia powder having a mean diameter of $1-0.3\mu\text{m}$, 50wt. parts of yttria stabilizing zirconia powder having a particle diameter of 0.3mm or less, 100wt. parts of yttria stabilizing zirconia fiber having a mean diameter of $5\mu\text{m}$ and a mean length of 20-30mm, 5wt. parts of methyl cellulose, and 70wt. parts of water, is sintered at 1800°C to form an exothermic part 31, a terminal part 32, and a hollow part 34. The outer diameter of the terminal part 32 is set within a range of 1.2-3 to the diagonal length of the hollow part 34. The actual cross-section area excluding the hollow part 34 of the terminal part 32 is set within a 3-10 times range to the actual cross-section area of the exothermic part 31. The exothermic part 31 and the terminal part 32 can be separately formed to be stucked by metyl cellulose etc.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 13.08.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2779124

[Date of registration] 08.05.1998

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

JAPANESE

[Translation done.]

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.**
- 2.**** shows the word which can not be translated.**
- 3.In the drawings, any words are not translated.**

CLAIMS

[Claim(s)]

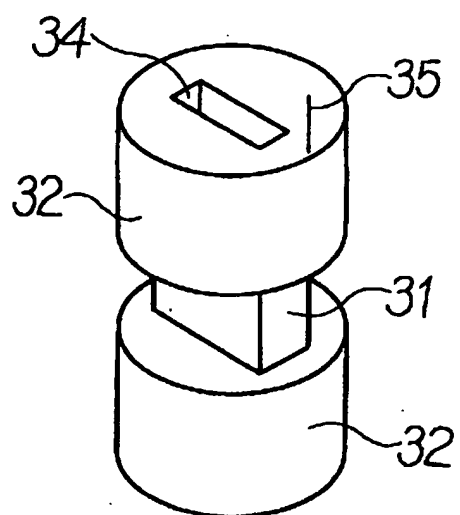
[Claim 1] It is the zirconia exoergic structure which has the shape of a pipe of a cross-section square shape in which said exoergic section has a centrum of a cross-section square shape in the zirconia exoergic structure which consists of the exoergic section and a terminal area prepared in the both ends, and is characterized by said terminal area having the shape of a pipe of a cross-section round shape which has a centrum corresponding to a centrum of said exoergic section.

[Claim 2] A centrum of said exoergic section and a centrum of a terminal area are the zirconia exoergic structure according to claim 1 characterized by having continued and penetrated for a heating element overall length.

[Claim 3] The zirconia exoergic structure according to claim 1 characterized by carrying out contact cementation of the lead member for energization at said terminal area.

[Claim 4] The zirconia exoergic structure according to claim 1 characterized by consisting of zirconia powder which added a stabilizing agent of a zirconia fiber and a zirconia crystal.

[Translation done.]



[Translation done.]

(a)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-161454

(43) 公開日 平成7年(1995)6月23日

(51) Int.Cl.⁶

H 0 5 B 3/14

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B 7715-3K

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平5-308309

(22) 出願日 平成5年(1993)12月8日

(71) 出願人 000001971

品川白煉瓦株式会社

東京都千代田区大手町2丁目2番1号

(72) 発明者 嵐 治 夫

宮城県仙台市青葉区中山2丁目27番3号

(72) 発明者 浅 見 肇

岡山県赤磐郡山陽町桜が丘西6-28-14

(72) 発明者 森 脇 正 弘

岡山県備前市東片上394

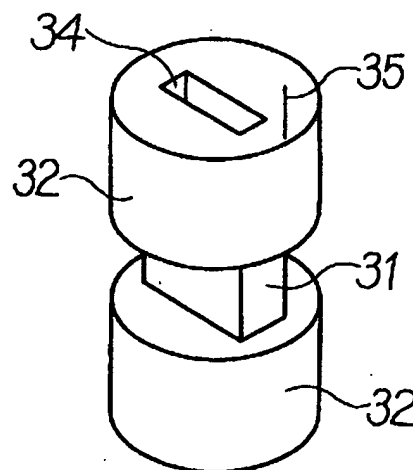
(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

(54) 【発明の名称】 ジルコニア発熱構造体

(57) 【要約】

【目的】 発熱部と端子部とからなるジルコニア発熱構造体を改良して板状長尺試料を高温乃至超高温に加熱する際に用いるに適当な該発熱構造体を提供することを目的とする。

【構成】 発熱部とその両端に設けた端子部とからなるジルコニア発熱構造体において、前記発熱部は断面角形の中空部を有する断面角形のパイプ状であり、前記端子部は前記発熱部の中空部に対応する中空部を有する断面円形のパイプ状であることを特徴とする、ジルコニア発熱構造体。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】発熱部とその両端に設けた端子部とからなるジルコニア発熱構造体において、前記発熱部は断面角形の中空部を有する断面角型のパイプ状であり、前記端子部は前記発熱部の中空部に対応する中空部を有する断面円形のパイプ状であることを特徴とする、ジルコニア発熱構造体。

【請求項 2】前記発熱部の中空部と端子部の中空部は発熱体全長に亘って貫通していることを特徴とする請求項 1 記載のジルコニア発熱構造体。

【請求項 3】前記端子部には通電用リード部材が接触結合されていることを特徴とする請求項 1 記載のジルコニア発熱構造体。

【請求項 4】ジルコニアファイバーとジルコニア結晶の安定化剤を添加したジルコニア粉末よりなることを特徴とする請求項 1 記載のジルコニア発熱構造体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は新規なジルコニア発熱構造体、特に板状長尺試料の熱処理に用いるに適当なジルコニア発熱構造体に関するものである。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】ジルコニア発熱構造体は大気乃至酸化雰囲気下で通電又は誘導加熱によって高温乃至超高温まで使用できる発熱体として知られている。酸化雰囲気下で用いられる発熱体として従来使用温度に応じて SiC 発熱体その他各種のものが開発されているが、ジルコニア発熱体の場合は 1700℃～2200℃の範囲の超高温に使用することができ、超高温電気抵抗炉の抵抗発熱材料等として良好に用いられる。

【0003】このようなジルコニア発熱構造体は通常ジルコニア (ZrO₂) ファイバー、ジルコニア粉末、安定化剤等を適宜混合し、プレス、成形、焼成してつくられる。安定化剤としては、たとえばマグネシア (MgO)、カルシア (CaO)、イットリア (Y₂O₃) 等の酸化物が好んで用いられる。或はこれらの安定化剤で安定化されたジルコニアファイバーやジルコニア粉末を用いることができる。

【0004】本発明者らはさきにかかるジルコニア発熱体を用いた超高温電気抵抗炉を開発して特許出願した (特開平 5-66093 号公報)。この場合、ジルコニア発熱構造体は、たとえば一定長さ、比較的小さな直径の中空円筒体の発熱部とその両端部に設けられた一定長さ、比較的大きな直径の中空円筒体の端子部を有するようにつくられる。端子部には通電リード部材が設けられる。このようなジルコニア質中空円筒型発熱体を中央部に直立位置せしめ、その両側にその予熱装置と保護装置を設けて超高温炉を構成する (図 6 参照)。

【0005】かかる炉によれば円筒型発熱体の発熱部と

端子部をとおして上下方向に貫通して形成された内部空間に被処理物を挿入し通電加熱すると通常の場合、熱効率もよく均一に超高温に加熱することができる。

【0006】しかし、板状長尺試料の熱処理、特に板状長尺試料のゾーンシンタリング (部分焼成) や板状長尺試料の熱間引張強度試験等にはかかる円筒型発熱体を有する炉は良好に用いることはできない。図 4 に見られるように円筒パイプ状の発熱部 21 の中空部に板状試料 22 を挿入した場合、円筒状の発熱部 21 に近い試料端部 23 と発熱部 21 に遠い試料中央部 24 との間には約 20～50℃の温度差が生じ、試料を均一に加熱することができず、熱効率がよくない。又、引張試験機の場合、試料を掴む上下のチャックが発熱部からの放熱により加熱されてしまう。

【0007】かかる難点を解決するために発熱部の形状をできるだけ板状試料に接近した形状にすることが当然考えられる。即ち図 5 にみられるように発熱部の外形を板状試料の形状、大きさに対応した角型乃至長方形状とすれば、試料 25 の端部 26 も中央部 27 も発熱部 28 からの距離は等しく試料の各部分において温度差を生じることなく、各部とも均一に加熱することができる。しかしこのように発熱部の形状を角型にしても端子部の形状如何によっては発熱部の熱放散をよく防止できず、通電リード線の剥離等も生じ易い。

【0008】かくて本発明は発熱部と端子部とからなるジルコニア発熱構造体を改良して板状長尺試料を高温乃至超高温に加熱する際に用いるに適当な該発熱構造体を提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】従って本発明は、発熱部とその両端に設けた端子部とからなるジルコニア発熱構造体において、前記発熱部は断面角形の中空部を有する断面角型のパイプ状であり、前記端子部は前記発熱部の中空部に対応する中空部を有する断面円形のパイプ状であることを特徴とするジルコニア発熱構造体を提供するものである。

【0010】以下本発明について詳しく説明する。

【0011】上述のように本発明においては発熱部は断面角形の中空部を有する外形断面角型のパイプ状をなしている。一方その両端部に設けられた端子部の場合、外形断面が角型や円形等種々の形状が考えられるが本発明では外周は円形のパイプ状とし、そしてその中空部は前記発熱部に設けられた中空部に対応してそれと同じ大きさ形状を備えたものとする。ここに角型とは通常長方形状を意味するが、正形状をなしていてもよい。このように発熱部の外形は角型であり、端子部は外形円形をなしているが、夫々の内部中空部はいずれも同じ大きさ形状の角型をなしており、発熱体全長にわたり貫通して形成されている。

【0012】図 1 はこのようにしてつくられたジルコニ

ア発熱構造体の側面図と平面図であり、31が発熱部であり、32が端子部、33が発熱部の中空部、34が端子部の中空部、35が通電用リード線を示す。図1は、この発熱構造体を一体的に形成した場合を示すが、図2のように貫通する中空角パイプと端子部とを別々に作り、これらを接着剤により接着してつくることもできる。図3にかかる発熱構造体の斜視図を示す。

【0013】本発明にかかる構造体を一体的に形成する場合と別体に形成、接着する場合とでは後者の方が好適であり、それは一体形成の場合、発熱部と端子部とで高温時に膨脹差による応力が生じ、発熱部と端子部との境界に亀裂が発生し易いが、接着した場合は接着部が応力吸収効果を発揮し、かかる亀裂を防止することができるからである。接着剤としてはメチルセルロース、カルボキシエチルセルロース等のセルロース誘導体や酢酸ジルコニウム、酢酸ジルコニル等の水溶性ジルコニウム塩を用いることができる。特に特開平4-104952号公報に記載の如きジルコニア粉末とジルコニアファイバーに酸化セリウム等のセリウム化合物を加え更に上記の如き接着剤を加えてなる複合組成物が好ましく、これを用いると応力吸収効果を発現しやすい。

【0014】このように端子部は断面円形であるが、その直径は、その四角形状の中空部の対角線の大きさの1.2～3倍であることが好ましい。1.2未満の場合、端子部の中空部のコーナーに亀裂が入り易くなる。一方、3倍を超えると発熱部との境界に亀裂が入り易くなって好ましくない。

【0015】又、端子部の中空部を除いた断面の実質面積は発熱部断面の実質面積の3～10倍であることが好ましい。3倍未満の場合、端子部の発熱が大きくなり、リード線の溶断が起きやすくなる。10倍を超えると発熱部との境界を亀裂が入り易くなる。

【0016】このようなジルコニア発熱構造体は例えば、さきに本発明者らが開発した前記特開平5-66093号公報記載の超高温電気抵抗炉に良好に用いることができる。今その炉を図6に示す。1が発熱部2と端子部3とからなる中空円筒型抵抗発熱体であり、本発明においては中空部は発熱部、端子部とも角型をなしており、外形は発熱部は角型、端子部は円形をなしている。この端子部3には白金線又は白金ロジウム合金線の如き通電用リード線4が取付けられている。この発熱構造体1を中央部に直立支持するためにその上下にパイプ状耐火物5が備えられる。その周囲に空間8を有して順次ジルコニア質とアルミナ質の円筒状耐火物6、7が設けられる。アルミナ質耐火物7の表面に予熱ヒーター9が設けられ、その外側には空間を有して断熱材10、外殻鉄皮11が設けられる。かくて本発明の場合、中央部に上下に貫通する断面角型の空間13が形成され、上下又は下方から断面角型で比較的長尺の被処理物乃至試料が空間部13の中央部、超高温加熱空間12に挿入されて加

熱されるのである。

【0017】図7は図6に準ずる超高温電気抵抗炉であり、各部分は図6と共通の符号を以て示す。図7の炉の基本的な構成は図6と同様であるが下記の点が異なっている。予熱用発熱体として図6のワイヤ状の発熱体9を使用せず、U字型の発熱体14を使用する。この発熱体は二珪化モリブデン質（商品名：カンタルスーパー製造元：カンタルガ德里ウス社）を示す。予熱温度を1300℃以上に設定する場合に、この発熱体を使用する。炉の高さ方向の寸法を小さくする為、図6に示したパイプ状耐火材5を使用せず板状耐火材15を上部と下部にセットする。この炉は引張強度用、チャック間の距離に制約があり、炉の高さ寸法を低くする必要がある場合に使用される。

【0018】このように本発明のように発熱部を角状とし、両端の端子部を円形状にし、中空部を貫通して角型にしたことによって、そしてこのようなジルコニア発熱構造体を上記のような超高温電気抵抗炉に用いることによって、他の形状の場合、特に端子部を発熱部と同じように角型にした場合に比して次のような効果が得られる。

【0019】① 端子部が角型であると、通電加熱に使用する場合、通電リード線の緩みや剥離が発生し、スパーク発生現象が起き、発熱構造体本体及びリード線が部分熔融するが、端子部が円形の場合、端子部に対するリード線の密着性が良好であり、通電発熱中のリード線の緩みや剥離が生じない。

【0020】② 端子部の外形が四角の場合、発熱部の長辺からの放熱に対する熱遮断効果が劣るが、端子部を円形とすることによって発熱部からの放熱を有効に遮断することができる。

【0021】③ 端子部が四角状の場合、端子部に亀裂が入り易く、特に端子部長辺とコーナーに亀裂が入り易い。また、長辺の変形が生じやすい。これに対して端子部を円形としたので、かかる亀裂が発生し難く、また、通電発熱中の変形が起き難い。

【0022】

【実施例】

参考例1

平均径1～0.3mmのイトリヤ安定化ジルコニア粉末（Y₂O₃ 7%、ZrO₂ 93%）50重量部、0.3%mmのイトリヤ安定化ジルコニア粉末50重量部、平均径5μ、平均長20～30mmのイトリヤ安定化ジルコニアファイバー（品川白煉瓦製）100重量部、メチルセルロース5重量部、水70重量部を添加配合し押出し成形機にて図1、即ち外形が円形で四角の中空品の加工素材を成形する。1000℃にて2時間乾燥後、1800℃で焼成した。焼成後切削加工し、最終的に図1に示した形状にしあげた。この材料によれば常温から2000℃の繰返し100回の使用に耐えることが

できる。

参考例 2

平均径 1~0.3mm のイットリア安定化ジルコニア粉末 (Y_2O_3 5%, ZrO_2 95%) 50 重量部、— 0.3mm のイットリア安定化ジルコニア粉末 (Y_2O_3 5%, ZrO_2 95%) 50 重量部、平均径 5 μ m 平均長 20~30mm のイットリア添加ジルコニアファイバー (品川白煉瓦社製) 100 重量部、酸化セリウム 50 重量部、メチルセルロース 1 重量部、酢酸ジルコニウム水溶液 ($ZrO_2=15\%$) 30 重量部を添加配合し、混練した練土をジルコニア焼成耐火物間の接着剤として使用し、1800℃ で加熱した。この材料により図 2 におけるパイプ 32 とパイプ 34 をつくる。この材料によれば常温から 2000℃ の繰返し 70 回の使用に耐えられる。次に各例ともリード線の取付けは可撓性バインダーを含むジルコニア質耐火シートを巻付け、その表面にリード部材を接触接合せしめることによって行なって発熱体を完成させる。尚、リード線の取付けは特開平 3-29287 号公報に詳しく記載されている。

実施例

上記参考例 1 と 2 で得られた材料から夫々図 1 と 2 の発熱体をつくってテストした。

【0023】① 発熱体の形状として、図 1 及び図 2 に示す形状の寸法として端子部の直径 5.5mm、中空部 32×8mm、端子部長さ 30mm、発熱部肉厚 3mm、発熱部長さ 30mm、発熱部の中空部 32×8mm 上下の端子部は同一寸法である。

【0024】この発熱体を図 7 に示す如き炉に設置し 25×5×200mm 寸法の試験片を発熱体の中空部に挿入し、酸化雰囲気中で 2000℃ 迄加熱し、試験片の部分加熱を行うことが出来た。

【0025】② また、この炉を引っ張り強度試験機の上下のチャック間に設置し 25×5×200mm 寸法の試験片の中心部が細くなった引っ張り強度試験片を発熱体の中空部に挿入し、酸化雰囲気中で 2000℃ 迄加熱し、

試験片の引っ張り強度を測定することが出来た。

【0026】③ 上記発熱体を図 6 に示した炉に設置し 25×5×200mm 寸法の試験片のゾーンシンタリングを行った。方法としては試験片を白金線でつり下げ、上下に移動させることにより試験片下部 100mm を焼成することが出来た。

比較例

内径 32mm の円筒型発熱体でその他の寸法が実施例と同一のものを使用し、実施例と同一の試験を行った。しかし、同一の電気容量 (1.2Kw) では、2000℃ の昇温が不可であり、1.5kw に上昇させ発熱部内面温度を 2000℃ に昇温させた。しかし、試料の発熱部より最も遠い部分は 1970℃ であり、上記①~③の試験を行うことが出来なかった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明に係る発熱構造体の一つの例の側面図と平面図。

【図 2】同、発熱構造体の他の例の側面図と平面図。

【図 3】同、斜視図。

【図 4】円筒状発熱構造体内への板状試料挿入状態を示す説明図。

【図 5】角型発熱構造体内への板状試料挿入状態を示す説明図。

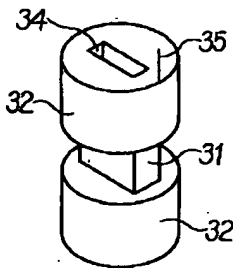
【図 6】発熱構造体を用いた高温電気抵抗炉の一例の断面図。

【図 7】同、他の一例の断面図。

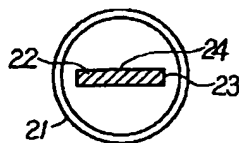
【符号の説明】

- 1 発熱構造体
- 2 発熱部
- 3 端子部
- 4 通電リード線
- 31 発熱部
- 32 端子部
- 33 中空部
- 34 通電リード線

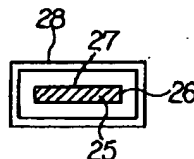
【図 3】



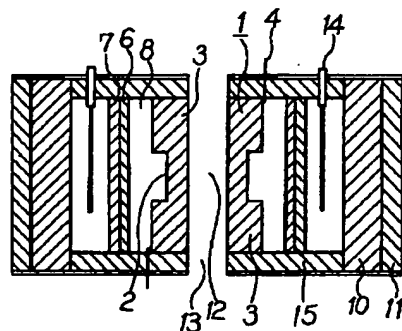
【図 4】



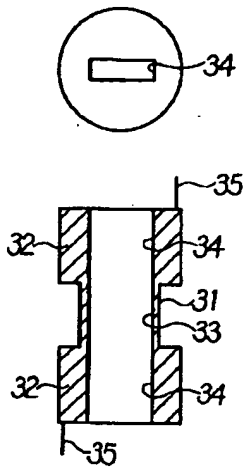
【図 5】



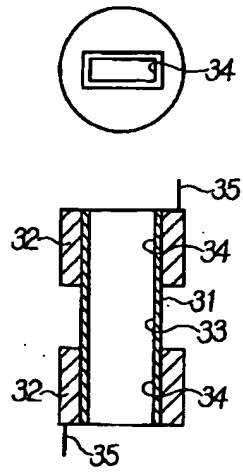
【図 7】



【図1】



【図2】



【図6】

